

⑩ 日本国特許庁 (JP)
⑪ 公開特許公報 (A)

⑩ 特許出願公開
昭59-50075

⑩ Int. Cl.
C 04 B 35/58
// C 22 C 29/00

識別記号
103
105

府内整理番号
7158-4G
6411-4K

⑪ 公開 昭和59年(1984)3月22日
発明の数 2
審査請求 未請求

(全4頁)

⑩ 立方晶窒化ホウ素焼結体の製造法

⑪ 特願 昭57-158828
⑪ 出願 昭57(1982)9月14日
⑩ 発明者 牧昌和

塩尻市広丘高出1951-6

⑪ 出願人 昭和電工株式会社
東京都港区芝大門1丁目13番9号
⑩ 代理人 弁理士 菊地精一

明細書

1. 発明の名称

立方晶窒化ホウ素焼結体の製造法

2. 専許請求の範囲

(1) 立方晶窒化ホウ素100重量部にアルカリ金属もしくはアルカリ土類金属又はこれらの塩化物を0.001~10重量部添加し、立方晶窒化ホウ素の熱力学的安定領域で加圧、加熱することを特徴とする、実質的に立方晶窒化ホウ素からなり、密度3.47/cm³以上、ビッカース硬度4,000kg/cm²以上の立方晶窒化ホウ素焼結体の製造法。

(2) 立方晶窒化ホウ素100重量部以下、アルカリ金属もしくはアルカリ土類金属又はこれらの塩化物0.001~15重量部を添加し、立方晶窒化ホウ素の熱力学的安定領域で加圧、加熱することを特徴とする実質的に立方晶窒化ホウ素からなり、密度3.47/cm³以上、ビッカース硬度4,000kg/cm²以上の立方晶窒化ホウ素焼結体の製造法。

(1)

—387—

(2)

発明の詳細な説明

本発明は立方晶窒化ホウ素(以下OBNと略記)焼結体の製造法に関する。

OBNはダイヤモンドとよく似た特性をもち、硬度についてはダイヤモンドに次ぐ硬さであるが、鉄との耐反応性及び熱的安定性の点ではダイヤモンドをしのぐ特性を有している。このためダイヤモンドで研削出来ない難加工性金属材料である高速度鋼、合金鋼、ニッケル及びコバルト合金、鈍鉄などの研削に適している。

OBNはこのような特徴を持つ一方ダイヤモンドに比べ著しく劈開しやすい欠点がある。これはダイヤモンドが(111)面に4つの劈開面を持つのにに対し、OBNは(110)面に6つの劈開面を持つためと言われている。このためOBNは衝撃力の強く要求される重研削には利用することが出来なかった。

このようなOBNの耐衝撃力の弱さを克服し、高速化、高切込化の要求に満足し持る特性を持たせるためにはOBNの微粒子を多結晶焼結体とし、

特定の界面を持たず、韧性の優れたものにする
ことが必要である。

OB_N多結晶体はP.P.Bundyらにより約100Kb
の高圧力下で六方晶化ホウ素(以下hBNと略記)
から無触媒下で直接変換が可能とされているが、
著しく高圧を必要とする欠点がある。

またOB_N微粒子を焼結して多結晶体とすると
とも種々提案されている。しかしOB_N自体は非
常に焼結しにくいため、OB_Nに種々の添加剤を
加えて焼結するのが普通である。例えばOB_Nに
Ni、Cr、W、Mo、Al₂O₃等を添加してOB_N密塊体
としたもの(特公昭53-8948)、OB_Nにホウ
化物、窒化物、酸化物及びAl等を添加した成形
体がある(特公昭54-6759)。これらの密塊体
あるいは成形体はいずれも添加剤を含有しており、
その量が多いと当然成形体等の硬度が下り、反面
少な過ぎると焼結がむずかしく焼結強度が劣る。

本発明は実質的にOB_Nのみからなる多結晶体
の製造法を提供するものであり、この多結晶体は
密度2.49/g、硬度4,000Kg/mm²以上である。

(3)

はN₂、Ar等の不活性ガス中で行なうことが好まし
い。

OB_Nに添加するアルカリ金属としてはLiが特
に好ましい。アルカリ土類はBa、Mg、Ca、Sr、Be
等すべて使用することができる。またこれらは
Li₃N、Mg₃N₂、Ca₃N₂等窒化物でもよい。

これらの金属は粉末化してOB_N微粉に添加し、
よく混合して用いることが好ましいが、金属の板
とOB_N微粉の成形体をサンドイッチ状に積層し
たものでも十分可能である。

添加する金属もしくは窒化物の量は重要であり、
多過ぎると加圧、加熱処理後焼結体中に一部残留
し、また少な過ぎると焼結作用上十分な効果が現
れない。実験によれば本発明の目的の焼結体を得
るにはOB_N100重量部に対し、金属もしくは窒
化物は0.001~10重量部とする必要がある。金属
等は真空蒸着法等により添加する場合は總てわ
ずかの0.001重量部でも効果が認められる。

これらの混合物を図1に示すような形に組立て
加熱、加圧処理する。勿論、この処理は図1の方

(5)

その用途は砥粒としての一般研削のみならず、バ
イトのような切削工具に特に適する。

本発明はOB_N微粉もしくはこれに一定の範囲
でhBN微粉を混合したものに特定の金属もしくは
その窒化物を所定量添加し、OB_Nの安定領域下
で加熱、加圧処理し、これらの金属等を残留せ
ることなく、実質的にOB_Nのみからなる多結晶体
を得ることを特徴とする方法である。

OB_N微粉は細かいもの程よく、特に36μm以
下が適する。粗過ぎると強度の大きな多結晶焼結体
が得られない。hBNについても同様の粒度のもの
が適する。

OB_N、hBNは予じめアルカリ処理あるいは
真空焼成を行なうことが望ましい。その理由は粒
表面の不純物を取り除くためである。

アルカリ処理としてはOB_Nの場合NaOH水溶
液等で100~350℃、hBNの場合100~300℃
処理が適当である。

真空焼成はOB_N750~1,700℃、hBN1,000
~2,000℃の範囲が適し、雰囲気は真空中あるいは

(4)

法に限られるものでなく、その他種々の方法を探
ることができる。いずれの場合もOB_Nの熱力学的
の安定領域、即ち約1,200℃以上、約40Kb以上に
する必要がある。

図1において、1は黒船円板、2は黒船抵抗発
熱体、3はバイロフィライト円板、4は3と同じ
材料からなる円筒、5は食塩円板、6は食塩円筒、
7はジルコニアウム板、8はOB_N微粉と金属微粉
等の混合物、即ち本発明における原料である。この組
立体を周知の高温、高圧装置に装填し、前記
の条件で処理する。処理時間は5~10分間あれば
十分である。なお、前記で混合物8は予じめ常温
下等で加圧成形したものを用いることが好ましい。

OB_NにhBNを混合する場合はOB_N100重
量部に対し、50重量部以下とする必要がある。こ
の方法においてはhBNを高温、高圧処理でOB
Nに転換すると共にそのまま焼結体とするもの
である。従ってhBNは大部分がOB_Nに転換す
ることが必要であり、特にhBNの添加量が多い場合
は転換率が高いことが必要となる。しかしhBN

(6)

Nが多い場合、その転換率を上げて焼結体中に実質的にBNが残留しないようにすることはかなり困難である。このような理由からBNは50重量部以下に限定される。

OBNとBNの混合物に対して添加するアルカリ金属もしくはアルカリ土類金属、又はこれらの酸化物は前記のものと同様のものが使用される。その量は混合物100重量部に対し、0.001~15重量部の範囲である。そしてBNの添加量が多い場合はこの範囲内で多目を選択することが望ましい。

本発明はこのように構成した原料組成物をOBNの安定領域下で処理し、実質的にOBNからなる焼結体とするものである。添加したアルカリ金属等は焼結体には殆んど残らない。高強、高圧の処理中に焼結体外に排出してしまうものと考えられる。また若干の残存は後処理(脱水洗)で殆んど取除くことができる。その結果本発明の焼結体はOBNが約99%以上のものが得られる。そして密度は3.49/g以上、ビッカース硬度は4,000

(7)

晶体であった。その大きさは直径23mm、厚さ5mmである。その見掛け比重は2.46であり、ビッカース硬度は5,450kg/mm²であった。組成はOBN99%、不純物はB₂O₃、Fe、Ni等であった。

実施例 8~10

実施例1と同じOBN微粉に表1に示す触媒を添加し、実施例1と同じ処理を行なった。結果は表1に示す。各サンプル共OBN粒子同志が焼結していることを走査型電子顕微鏡で確認した。

実施例 11

実施例1と同じOBN微粉に触媒として金属Mg粉末を0.8重量部とLi₂N粉末0.1重量部とを添加し、実施例1と同じ合成・処理を行なった。見掛け比重は2.46であり、ビッカース硬度は5,720kg/mm²であった。

実施例 12

実施例1のOBN微粉とBNをOBN/BN=2/1(重量比)に混合し、この100重量部に対し金属Mg粉末を1.5重量部添加し、実施例1と同じ合成・処理を行なった。X線回折で同定したと

(8)

kg/mm²以上である。

アルカリ金属等がBNからOBNを合成する際の触媒として使用されるることは周知である。本発明においても原料にBNを添加した場合はアルカリ金属等はOBN合成の触媒の作用もするが、最も重要な役割はOBN粒子同志の焼結促進作用である。アルカリ金属等を介在させることにより、OBN安定領域下でOBN粒子接触面が一拍溶融し、再度OBN化すると同時に焼結すると推定される。

本発明で得られた焼結体は適宜加工してバイト等の切削工具に使用できる外、粉碎して適当な粒度にし、研削、研磨粒としても使用できる。

実施例 1

OBNの微粉(2μm以下、平均1.0μm)に金属Mg粉末を1.5重量部を添加し、十分混合した後常温下で仮成形(理論密度の65%)をし、図1の反応容器につめ、50Kb、1,500°Cで10分間保持した。生成物を蒸水で洗浄し乾燥させた後X線回折で同定したところ、完全にOBNの単相の多結

(8)

表 1

実施例 No.	触媒		処理条件			見掛け 比重	ビッカース硬度
	種類	量	圧力	温度	時間		
2	Mg	0.6	Kb 50	1,500	10	3.41 4.00	4,100
3	Mg	4.0	/	/	/	3.40	4,320
4	Mg	0.74	/	/	/	3.47	5,610
5	Li	0.43	/	/	/	3.46	5,210
6	Li ₂ N	0.70	/	/	/	3.42	4,920
7	Mg ₂ N ₂	2.0	/	/	/	3.44	5,050
8	Ca ₂ N ₂	2.0	/	/	/	3.40	4,460
9	Sr ₂ N ₂	5.9	/	/	/	3.43	4,790
10	Ba ₂ N ₂	5.9	/	/	/	3.41	4,470
比較例 1	Mg	14.7	/	/	/	3.18	弱過ぎて 測定不能

(触媒の量はOBN 100重量部に対する重量部)

る程度OBN単相の多結晶体でOBN95%であった。

比較例 2

実施例1のOBN微粉とBNをOBN/BN=

1/12(重量比)に混合し、その100重量部に対し
金属Mg粉末2.0重量部添加し、実施例1と同じ処理を行なった。X線回折で同定したところ、BN
がかなり残存しており結晶体自身も非常にもろかつた。

実施例 13

OBNの試料(2μm以下、平均1.0μm)を
NaOH水溶液中に入れ300°Cで1Hr熱処理した後中和、水洗、乾燥したもの100重量部に触媒として
金属Mg 0.8重量部とLi₂N粉末0.1重量部を添加し、実施例1と同じ処理を行なった。得られた焼結体は見掛け比販は3.47でありピッカース硬度は
4,900 kg/cm²であった。

実施例 14

OBN試料(4~8μm、平均5μm)80wt%
と(2μm以下、平均1μm)20重量%にこれら
に対しMg₂N₂粉末を0.4重量部添加しよく混合し
た成形下で板成形をし、45Kb、1,200°Cで3Hr
保持した。生成物を温水で洗浄した。得られた焼結体の見掛け比販は3.44で、ピッカース硬度は5,200

01

02

kg/cm²であった。

実施例 15

実施例1と同じ条件で金属Oa粉末を2.4重量部
添加した。X線回折では完全にOBN単相の多結晶
であり、見掛け比販は3.44、ピッカース硬度は
4,900 kg/cm²であった。

4. 図面の簡単な説明

図1は本発明の焼結体を製造するための原料の
組立て構成を示す断面図である。

- 1 ……黒鉛円板
- 2 ……黒鉛抵抗発熱体
- 3 ……バイロフィライト円板
- 4 ……バイロフィライト円筒
- 5 ……食塩円筒
- 6 ……OBN試料と金属等
との混合物

特許出願人 昭和電工株式会社

代理人 菊地精一

図1

